## **EUROPEAN PATENT OFFICE**

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER

2002131507

**PUBLICATION DATE** 

09-05-02

APPLICATION DATE

24-10-00

APPLICATION NUMBER

2000324152

APPLICANT: FUJI PHOTO FILM CO LTD;

INVENTOR: SOTOZONO HIROHISA;

INT.CL.

: G02B 1/11 B32B 7/02 B32B 27/00 C09K 3/00 G02B 1/10 G02B 5/02 G02B 5/30

G02F 1/1335

TITLE

ANTIDAZZLE REFLECTION PREVENTING FILM AND POLARIZING PLATE

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a simple and inexpensive antidazzle reflection preventing film having sufficient reflection preventing performance, an antidazzle property and resistance to scratch and further generating little chrominance non-uniformity.

SOLUTION: In an optical film having a high refractive index layer with 1.57-2.50 refractive index on a transparent supporting body and a low refractive index layer with 1.3-1.43 refractive index on the high refractive index layer, the antidazzle reflection preventing film is characterized by making the high refractive index layer contain particles with 1.0-10.0 μm average particle diameter, by forming the low refractive index layer with application of a composition including a hydrolyzed substance and/or a partially condensed substance of a mixture composed of at least a kind of specified fluorine containing silane compounds, etc., containing a fluorine containing alkyl group, etc., and at least a kind of specified silane compounds containing an alkyl group with no fluorine and by making the optical film have 3.0-20.0% haze and ≤1.8% average reflectance in 450-650 nm.

COPYRIGHT: (C)2002,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開發号 特開2002-131507 (P2002-131507A)

(43)公開日 平成14年5月9日(2002.5.9)

						(30) 43	174 1-4	1 7042 2 7 0 7	J D EJ (EGOEL GLG)
(51) Int.CL7		識別配号		FI					j-73-)*(参考)
G02B	1/11			В3.	2 B	7/02		103	2H042
B 3 2 B	7/02	103				27/00		101	2H049
	27/00	101		CO	9 K	3/00		U	2H091
C09K	3/00			GO:	2 B	5/02		В	2K009
G 0 2 B	1/10				5/30			4F100	
			象商查審	未翻求	存储	対例の数 6	OL	(全 14 頁)	最終更に続く
(21)出顯番号		特欄2000-324152( P20	(71)	出廢	₹ 000005	201			
						當士写	真フイ	ルム株式会社	t
(22)出願日		平成12年10月24日(200			神奈川	<b>以南足</b>	插作中留210	自地	
			(72)	<b>驼</b> 明	す 大林	達彦			
						神奈川	原南起	柄市中沼210	番地 富士写真
						フイル	<b>公株式</b>	会祉内	
				(72)	<b>觉明</b>	筝 外囲	裕久		
						神奈川	県南足	柄市中沼210	番地 富士写真
						フイル	山株式	会社内	
				(74)	代理力	100105	647		
						弁理士	小栗	<b>副平</b> (外	4名)
									最終質に続く

(54) 【発明の名称】 防眩性反射防止フィルムおよび偏光板

#### (57)【要約】

【課題】簡便かつ安価にして十分な反射防止性能、防眩 性、および耐傷性を有し、しかも色むらの少ない防眩性 反射防止フィルムを提供する。

【解決手段】透明支持体上に、屈折率1.57~2.5 ①の高屈折率層および該高屈折率層上に屈折率1.3~ 1. 43の低屈折率層を有する光学フィルムにおいて、 該高屈折率層が平均粒径1.0~10.0 µmの粒子を 含有し、該低屈折率層が、特定の、含フッ素アルキル基 等を含有する含フッ素シラン化合物等の少なくとも一 種、および特定の、フッ素を含まないアルキル基等を含 有するシラン化合物の少なくとも一種からなる混合物の 加水分解物および/またはその部分宿合物を含んでなる 組成物を塗設して形成され、該光学フィルムのヘイズが 3.0~20.0%、450nmから650nmの平均 反射率が1.8%以下であることを特徴とする防眩性反 射防止フィルム。

特開2002-131507

【特許請求の範囲】

【請求項1】適明支持体上に、屈折率1.57~2.5 ()の高屈折率層および該高屈折率層上に屈折率1.3() ~1. 43の低屈折率層を有する光学フィルムにおい て、該高屈折率層が平均粒径1、0~10、0 µ mの粒 子を含有し、該低屈折率層が、一般式(1)または一般 式(2)で表される含フッ素シラン化合物の少なくとも 一種。および一般式(3)で表されるシラン化合物の少 なくとも一種からなる混合物の加水分解物および/また はその部分縮合物を含んでなる組成物を塗設して形成さ 10 装置(CRT) プラズマディスプレイパネル(PD れ、該光学フィルムのヘイズが3.0~20.0%、4 50 nmから650 nmの平均反射率が1 8%以下で あることを特徴とする防眩性反射防止フィルム。

1

一般式(1) (Rf1),R1,SiX, Rf\*は炭素数1~20の含フッ素アルキル量を表し、 エーテル結合あるいはエステル結合を1個以上含んでい ても良く、R\*は炭素数1~10のアルキル基を表し、 Xはアルコキシ墓、ハロゲン原子、又はR\*COOを表 し、R\*は水素原子または炭素数1~10のアルキル基 ~3の整数、bは0~2の整数を表す。

**一般式(2)**  $X_1S_1-Rf^2-SiX_2$ Rfiは少なくとも1つのフッ素原子を含有する2価の 連結墓を衰し、分岐していても良く、エーテル結合ある いはエステル結合を含んでいても良く、Xは一般式 (1) と同じ意味を表す。

**一般式(3)** R'aSiX...

R\*は炭素数1~20のアルキル基を表し、dは0~3 の整数を表し、 Xは一般式(1) と同じ意味を表す。

【請求項2】高屈折率層の屈折率が1.65~2.50 の範囲にあることを特徴とする請求項1記載の防眩性反 射防止フィルム。

【請求項3】低屈折率層を構成する組成物が粒子径5~ 50nmのコロイダルシリカを含有することを特徴とす る請求項1または2のいずれかに記載の防眩性反射防止 フィルム。

【請求項4】低屈折率層を形成する塗布液が、前記一般 式(1)~(3)で表されるシラン化合物の混合物を成 a4 以下のカルボン酸誘導体を触媒として飼水分解およ び/または部分縮合した組成物を含むことを特徴とする 40 劣る。 請求項1~3のいずれかに記載の防眩性反射防止フィル

【請求項5】前記カルボン酸誘導体が熔酸、蓚酸または 一般式(4)で表される酸であることを特徴とする請求 項1~4のいずれかに記載の防眩性反射防止フィルム。 一般式(4) Rf'COOH

式(4)中、R f'は炭素数1~10のパーフルオロア ルキル基を表す。

【請求項6】請求項1~5のいずれか1項に記載の防眩 性反射防止フィルムを偏光板における偏光層の2枚の保 50 光を低減化させる技術が開示されているが、これら公報

護フィルムのうちの少なくとも一方に用いたことを特徴 とする偏光板。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、 防眩性を有する反 射防止フィルム並びにそれを用いた個光板及び液晶表示 装置に関する。

[0002]

【従来の技術】反射防止フィルムは一般に、陰極管表示 P) や液晶表示装置(LCD)のような画像表示装置に おいて、外光の反射によるコントラスト低下や像の映り 込みを防止するために、光学干渉の原理を用いて反射率 を低減するディスプレイの最表面に配置される。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、透明支 持体上にハードコート層と低層折率層のみを有する反射 防止フィルムにおいては、反射率を低減するためには低 屈折率層を十分に低屈折率化しなければならず、トリア を表し、a、b. cはa+b+c=4、かつa及びcは各々1 20 セチルセルロースを支持体とし、ジベンタエリスリトー ルヘキサアクリレートのUV硬化被膜をハードコート層 とする反射防止フィルムで450mmから650mmに おける平均反射率を1.6%以下にするためには屈折率 を1.40以下にしなければならない。屈折率1.40 以下の素材としては無機物ではフッ化マグネシウムやフ ッ化カルシウム、有機物ではフッ素含率の大きい含フッ 素化合物が挙げられるが、これらフッ素化合物は凝集力 がないためディスプレイの最表面に配置するフィルムと しては耐傷性が不足していた。

> 【0004】特開平7-287102号においては、ハ 30 ードコート層の屈折率を大きくすることにより、反射率 を低減させる技術が記載されている。しかしながら、こ のような高層折率ハードコート層は支持体との屈折率差 が大きいためにフィルムの色むらが発生し、反射率の波 長依存性も大きく振幅してしまう。

【0005】また特闘平7-333404号において は、ガスバリア性、防眩性、反射防止性に優れる防眩性 反射防止膜が記載されているが、CVDによる酸化珪素 膜が必須であるため、ウェット塗布と比較して生産性に

【0006】特開平10-726には高屈折率ハードコ ート層上に、ウエット塗布によって低屈折率層を積層す る防眩性反射防止膜について記載されているが、低屈折 率層の屈折率が十分低くないため、低反射率化も十分で はなかった。

【0007】特公平6-98703号,特開昭63-2 1601号、特開2000-121803号公報には含 フッ素アルコキシシラン化合物の加水分解部分縮合物を 含有する組成物をプラスチック基材表面に塗布して反射 (3)

には、防眩性の付与に関しては触れられていない。

3

【①①08】本発明の課題は、支持体上に防眩性高層折 率層と低屈折率層を形成するのみによって、簡便かつ安 価にして十分な反射防止性能、防眩性、および耐傷性を 有し、しかも色むらの少ない防眩性反射防止フィルムを 提供することである。

#### [0009]

【課題を解決するための手段】上記課題は以下の本発明 の態様により達成された。

【0010】1) 透明支持体上に、屈折率1.57~ 2. 50の高屈折率層もよび該高屈折率層上に屈折率 1. 30~1. 43の低屈折率層を有する光学フィルム において、該高屈折率層が平均粒径1. 0~10.0 µ mの粒子を含有し、該低屈折率層が、一般式(1)また は一般式(2)で表される含フッ素シラン化合物の少な くとも一種、および一般式(3)で表されるシラン化合 物の少なくとも一種からなる複合物の加水分解物および /またはその部分縮合物を含んでなる組成物を塗設して 形成され、該光学フィルムのヘイズが3.0~20.0 以下であることを特徴とする防眩性反射防止フィルム。 【0011】一般式(1) (Rf1),R',SiX. R f 1 は炭素数1~20の含フッ素アルキル基を表し、 エーテル結合あるいはエステル結合を1個以上含んでい ても良く、R1は炭素数1~10のアルキル基を表し、 Xはアルコキシ基、ハロゲン原子、又はR1COOを表 し、R\*は水素原子または炭素数1~10のアルキル基 を表し、a、b. cはa+b+c=4、かつa及びcは各々1 ~3の整数、bは0~2の整数を豪す。

#### [0012]

一般式(2)  $X_1S_1-Rf'-SiX_1$ Rfiは少なくとも1つのフッ素原子を含有する2価の 連結基を表し、分岐していても良く、エーテル結合ある いはエステル結合を含んでいても良く、Xは一般式 (1) と同じ意味を表す。

【0013】一般式(3) R'aSiX ... R'は炭素数1~20のアルキル基を表し、 dは0~3 \*

 $m\lambda/4\times0$ , 7<n1d1< $m\lambda/4\times1$ , 3

【0021】式中、mは正の奇数(一般に1)であり、 折率層の膜厚(nm)である。

【10022】本発明における防眩性高屈折率層の屈折率 は1つの値で記述されず、防眩性高屈折率層を形成する 素材中に微粒子が分散している屈折率不均一層である。 防眩性高層折率層を形成する、平均粒径1.0~10. 0μmを有する粒子以外の素材の屈折率は1.57~ 2.50であり、1.65~2.50が好ましい。これ が小さすぎると反射防止性能が小さくなり、大きすぎる と色味が大きくなりすぎてしまうことがある。高屈折率 \*の整数を表し、Xは一般式(1)と同じ意味を表す。 【0014】2) 高層折率層の層折率が1.65~2. 50の範囲にあることを特徴とする上記1)記載の防眩 性反射防止フィルム。

【① () 1.5 】 3 ) 低層折率層を構成する組成物が粒子径 5~50mmのコロイダルシリカを含有することを特徴 とする上記1)または2)のいずれかに記載の防眩性反 射防止フィルム。

【0016】4) 低屈折率層を形成する塗布液が、前記 10 一般式(1)~(3)で表されるシラン化合物の混合物 をpKa4以下のカルボン酸誘導体を触媒として加水分解 および/または部分縮合した組成物を含むことを特徴と する上記1)~3)のいずれかに記載の防眩性反射防止 フイルム。

【0017】5)前記カルボン酸誘導体が蟻酸、蓚酸ま たは一般式(4)で表される酸であることを特徴とする 1)~4)のいずれかに記載の防眩性反射防止フィル ム。一般式 (4) R f'COOH式 (4) 中、R f'は 炭素数1~10のパーフルオロアルキル基を表す。

% 450 nmから650 nmの平均反射率が1.8% 20 【0018】6)上記1)~5)のいずれか1項に記載 の防眩性反射防止フィルムを偏光板における偏光層の2 枚の保護フィルムのうちの少なくとも一方に用いたこと を特徴とする偏光板。

#### [0019]

【発明の実施の形態】本発明の実施の一形態として好適 な防眩性反射防止フィルムの基本的な構成を図面を参照 しながら説明する。

【0020】図1に示す態様は本発明の防眩性反射防止 フィルムの一側であり、透明支持体1、ハードコート層 30 2. 防眩性高屈折率層3. そして低屈折率層4の順序の 層構成を有する。5は粒子であり、防眩性高屈折率層3 の粒子5以外の部分の素料の層折率が1.57~2.5 0であり好ましくは1.65~2.50である。低層折 率層4の屈折率は1.30~1.43である。ハードコ ート層2は必須ではないが膜強度付与のために塗設して も良い。反射防止膜では、低屈折率層が下記式(1)を それぞれ満足することが好ましい。

(1) チタン、ジルコニウム、アルミニウム、インジウム、亜 n 1 は低屈折率層の屈折率であり、そして、 d 1 は低層 40 鉛 鍋、アンチモンのうちより選ばれる少なくとも一つ の酸化物からなる粒径100mm以下の微粒子とからな る場合、微粒子の粒径が光の波長よりも十分小さいため に散乱が生じず、光学的には均一な物質として振舞うこ とが、特関平8-11()401号等に記載されている。 【①①23】この防眩性高屈折率層は、高屈折率素材中 に分散する平均粒径1.0~10.0µmの粒子によっ て内部散乱が生じるために 防眩性高屈折率層での光学 干渉の影響を生じない。粒子を有しない高層折率防眩性 高屈折率層では、防眩性高屈折率層と支持体との屈折率 素材が二以上のエチレン性不飽和基を有するモノマーと 50 差による光学干渉のために 反射率の波長依存性におい

て反射率の大きな振幅が見られ、結果として反射防止効 果が悪化し、同時に色むらが発生してしまうが、本発明 の反射防止フィルムでは粒子の内部散乱効果によってこ れらの問題を解決した。

【0024】本発明では分光光度計を用いて入射角5℃ で測定した時の450~650mmにおける鏡面平均反 射率が1.8%以下のものが有用であり、好ましくは 1. 6%以下、特に好ましくは1. 4%以下である。 【0025】さらに本発明では、ヘイズメーターで測定 されるヘイズ値が3.0~20.0%のものが有用であ 10 ゼン、4-ビニル安息香酸-2-アクリロイルエチルエ

【0026】適明支持体としては、プラスチックフィル ムを用いることが好ましい。プラスチックフィルムを形 成するポリマーとしては、セルロースエステル(例、ト リアセチルセルロース、ジアセチルセルロース)、ポリ アミド、ポリカーボネート、ポリエステル(例、ポリエ チレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート)、 ポリスチレン。ポリオレフィン、アートン、ゼオネック スなどが挙げられる。このうちトリアセチルセルロー ス、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフター26 は、光ラジカル開始剤あるいは熱ラジカル関始剤を用 レート、アートン、ゼオネックスが好ましい。本発明の 防眩性反射防止フィルムを液晶表示装置に用いる場合、 片面に粘着層を設ける等してディスプレイの最表面に配 置する。該透明支持体がトリアセチルセルロースの場合 は偏光板の偏光層を保護する保護フィルムとしてトリア セチルセルロースが用いられるため、本発明の防眩性反 射防止フィルムをそのまま保護フィルムに用いることが コストの上では好ましい。

【0027】本発明の防眩性反射防止フィルムは透明支 持体上に防眩性高屈折率層を有し、さらにその上の低層 折率層を有してなるが、必要に応じ、防眩性高屈折率層 の下層に平滑なハードコート層を設けることができる。 【0028】防眩性高屈折率層に用いる化合物は、飽和 炭化水素またはポリエーテルを主鎖として有するポリマ ーであることが好ましく、飽和炭化水素を主鎖として有 するポリマーであることがさらに好ましい。 バインダー ボリマーは架橋していることが好ましい。飽和炭化水素 を主鎖として有するポリマーは、エチレン性不飽和モノ マーの重合反応により得ることが好ましい。架橋してい ン性不飽和基を有するモノマーを用いることが好まし い。高層折率にするためには、このモノマーの構造中に 芳香族環、フッ素以外のハロゲン原子、硫黄、リン、窒 素の原子から遺ばれた少なくとも1つを含むことが好ま

【0029】二以上のエチレン性不飽和基を有するモノ マーの例には、多価アルコールと(メタ)アクリル酸と のエステル (例、エチレングリコールジ (メタ) アクリ レート、1,4-ジクロヘキサンジアクリレート、ペン タエリスリトールテトラ (メタ) アクリレート)」ペン 50 ましくは50mm以下 (好ましくは1mm以上) の微粒

タエリスリトールトリ (メタ) アクリレート、トリメチ ロールプロパントリ (メタ) アクリレート、トリメチロ ールエタントリ (メタ) アクリレート、ジベンタエリス リトールテトラ (メタ) アクリレート、ジベンタエリス リトールペンタ (メタ) アクリレート、ペンタエリスリ トールヘキサ (メタ) アクリレート、1,2,3-シク ロヘキサンテトラメタクリレート、ポリウレタンポリア クリレート、ポリエステルポリアクリレート)。 ビニル ベンゼンおよびその誘導体(例、1、4-ジビニルベン ステル、1、4 - ジビニルシクロヘキサノン)。 ビニル スルホン (例) ジビニルスルホン) アクリルアミド (例) メチレンピスアクリルアミド) およびメタクリル アミドが含まれる。

【0030】高屈折率モノマーの例には、ビス(4-メ タクリロイルチオフェニル)スルフィド、ビニルナフタ レン、ビニルフェニルスルフィド、4-メタクリロキシ フェニルー4 \*-メトキシフェニルテオエーテル等が含 まれる。これらのエチレン性不飽和量を有するモノマー い。塗布後電解放射線または熱による重合反応により硬 化させる必要がある。

【①031】ポリエーテルを主鎖として有するポリマー は、多官能エポシキ化合物の関環重合反応により合成す ることが好ましい。光酸発生剤あるいは熱酸発生剤を用 い。塗布後電離放射線または熱による重合反応により硬 化させる必要がある。

【0032】二以上のエチレン性不飽和基を有するモノ マーの代わりまたはそれに加えて、架橋性基を有するモ 30 ノマーを用いてポリマー中に架橋性基を導入し、この架 橋性基の反応により、架橋構造をバインダーボリマーに 導入してもよい。架橋性官能基の例には、イソシアナー 下幕。エポキシ墓、アジリジン基、オキザゾリン墓、ア ルデヒド基、カルボニル基、ヒドラジン基、カルボキシ ル基、メチロール基および活性メチレン基が含まれる。 ビニルスルホン酸、酸魚水物、シアノアクリレート誘導 体、メラミン、エーテル化メチロール、エステルおよび ウレタン、テトラメトキシシランのような金属アルコキ シドも、架橋構造を導入するためのモノマーとして利用 るバインダーポリマーを得るためには、二以上のエチレー40ーできる。ブロックイソシアナート基のように、分解反応 の結果として架橋性を示す官能基を用いてもよい。ま た。本発明において架橋性基とは、上記化台物に限らず 上記官能基が分解した結果反応性を示すものであっても よい。これら架橋性基を有する化合物は塗布後熱などに よって架橋させる必要がある。

> 【①①33】防眩隂高屈折率層には、素材の屈折率を高 めるために、チタン、ジルコニウム、アルミニウム、イ ンジウム、亜鉛、錫、アンチモンのうちより選ばれる少 なくとも一つの酸化物からなる粒径100 nm以下、好

子を含有することが好ましい。微粒子の例としては、下 102, ZrO2, Al2O2, In2O2, 2nO, SnO x、S b 2 O 1、 I T O 等が挙げられる。 これらの無機微 粒子の添加量は、防眩性高屈折率層の全重量の10~9 0%であることが好ましく。20~80%であると更に 好ましく、30~60%が特に好ましい。

【0034】防眩性高屈折率層には、防眩性付与と防眩 性高屈折率層の干渉による反射率悪化防止、色むら防止 の目的で、制脂または無機化合物の粒子が用いられ、例 えば、シリカ粒子やTiОュ粒子、架橋アクリル粒子、 架橋スチレン粒子、メラミン樹脂粒子、ベンゾグアナミ ン樹脂粒子、などが好ましく用いられる。該粒子の平均 粒径は1.0~10.0μm、好ましくは1.5~7. θμηである。また、粒子の形状としては、真球、不定 形。のいずれも使用できる。異なる2種以上の粒子を併 用して用いてもよい。粒子の塗布置は、好ましくは10 ~1000mg/m1. より好ましくは30~100m g/m²とする。また、防眩性高屈折率層の幾厚の2分 の1よりも大きい粒径のシリカ粒子が、該シリカ粒子会 体の4.0~1.0.0%を占めることが好ましい。 粒度分布 20 はコールターカウンター法や遠心推陽法等により測定で きるが、分布は粒子数分布に換算して考える。

【りり35】防眩性高屈折率層の膜厚は、防眩性付与の ために添加する粒子の粒径以下の1~10 mmの範囲で あることが好ましく、1~5μmの範囲がより好まし く、1~3 µmの範囲であることが特に好ましい。

【0036】本発明において平滑なハードコート層に用 いる樹脂は防眩性付与粒子を用いないこと以外は防眩性 高屈折率層において挙げたものと同様である。平滑なハ ードコート層は機強度向上の目的で必要に応じて、透明 30 支持体と防眩性高層折率層の間に塗設される。平滑なハ ードコート層膜厚は1~10μmが好ましく、1~6μ 血がより好ましい。

【0037】本発明の低屈折率層には、一般式(1)ま たは(2)で表される含フッ素シラン化合物の少なくと も一種及び一般式(3)で表されるシラン化合物の少な くとも一種が用いられる。

【0038】一般式(1)においてR f \*は炭素数1~ 20の含フッ素アルキル基(エーテル結合あるいはエス テル結合を!個以上含んでいても良い)を表し(例えば 40 3.3.3-トリフルオロプロビル基、トリデカフルオロ-1, 1.2.2-テトラヒドロオクチル基、3.3,3-トリフルオロメ トキシプロピル墓、3,3,3-トリフルオロアセトキシプロ ビル墓等)、R\*は炭素数1~10のアルキル基(フッ 素を含まないアルキル基で、例えばメチル基、エチル 基、シクロヘキシル基等)を表し、Xはアルコキシ基 (アルコキシ基のアルキル基は置換基例えばフッ素原子 等の置換基を有していてもよく、好ましくは炭素数1~ 10. より好ましくは炭素数1又は2であり、例えばメ トキシ基、エトキシ基、2,2,2-トリフルオロエトキ 50

シ墓等)、ハロゲン原子(例えばC1. Br、【等)、 又はR'COO(R'は水素原子または炭素数1~10の アルキル基を表す、該アルキル基は置換基例えばフッ素 原子等の置換基を有していてもよく、好ましくは炭素数 1~10、より好ましくは炭素数1又は2のアルキル基 で、例えばCH,COO、C,H,COO、CF,CH,C QO等) を表し、a、b、c はa+b+c=4、かつa及びc は各々1~3の整数、りは0~2の整数を表す。好まし くはa=1, b=0, c=3の場合である。以下に一般式(1) 10 で表される含フッ素シラン化合物の具体例を示すが本発 明はこれらに限定されるものではない。

[0039]

[161]

- (1) C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SI(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
- (2) C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SI(OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
- (3) C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>)<sub>8</sub>
- (4) C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
- (5) CF<sub>8</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
- (6) CF8CH2CH2SiOIA

(8) OF3OH2OH2SI(OOCH3):

[0040]

[ft2]

(9) CF3CF2CF2CF2OCF2CF2CH2Si(OCH3)3

- (11) CF<sub>3</sub> CFCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
- (12) CFS CFCH2CH2SiCk
- (18) HCF2(CF2)4CH2CH2Si(OCH3)9

(14) CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>2</sub>OCFCF<sub>2</sub>OCFCH<sub>2</sub>O(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>SI(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

CF<sub>3</sub> CFCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

[0041]

.

(6) 特開2002-131507

[化3]

(17) CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> CH<sub>6</sub>

9

- (18) GF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>11</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SI(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> CH<sub>2</sub>
- (19) CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SiCl<sub>2</sub> CH<sub>3</sub>
- CH3 (20) CF3CH2CH2SIOCH3 CH3
- (21) CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>
- (22) CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>
- CF<sub>3</sub>
  (23) CF<sub>3</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>C CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Gi(OCH<sub>3</sub>),
  CF<sub>9</sub>
- CF3 (24) CF3CF2CF2C CH2CH2SICIS CF3
- (25) CF<sub>8</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCOCH<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

【0042】一般式(2)においてR f\*は少なくとも 1つのフッ素原子を含有する2価の連結基を表し、連結 基は置換基を有していてもよく、また置換基同士が連結 して頃を形成してもよく、連絡基は分岐していても良

して頃を形成してもよく、連絡基は分岐していても良く、エーテル結合あるいはエステル結合を含んでいても良い。好ましくはフッ素原子が置換したアルキレン基又は該アルキレン基と一〇一の組み合わせからなる2価の連結基が好ましく、より好ましくはCF<sub>2</sub>基を含有する前記2価の連結基であり、例としては-(Ct<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>4</sub>(CH
10 <sub>2</sub>)<sub>2</sub>-.-(Ct<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(CF<sub>3</sub>)<sub>4</sub>(Ct<sub>4</sub>)<sub>2</sub>-、-(Ct<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(CHF)<sub>4</sub>(Ct<sub>4</sub>)<sub>3</sub>-、

-(Ch,),(CF (CF,)),(Ch,),-、-Ch,0(CF,),CCh,-、等が 挙げられる。 Xは一般式(1)と同じ意味を表す。 以下 に一般式(2)で表される含ファ素シラン化合物の具体 例を示すが本発明はこれらに限定されるものではない。 【0043】

(化4)

29

(7)

特闘2002-131507

11 (1) (CH3O)3SICH2CH2(CF2)4CH2CH2SI(OCH3)3

- (2) (CH2O)3SiCH2CH2(CF2)8CH2CH2Si(OCH3)3
- (3) (CH<sub>2</sub>O)<sub>8</sub>SiCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>8</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
- (4) Cl3SiCH2CH2(CF2)4CH2CH2SiCl3

- (7) (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O)<sub>9</sub>SiCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>8</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>
- $(CF_3CH_2O)_3SiCH_2CH_2(CF_2)_6CH_2CH_2Si(OCH_2CF_3)_8$
- (9) (CH<sub>8</sub>O)<sub>2</sub>SiCH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>COCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

(12) (CF3CH2O)8SiCH2CH2 CH2CH2Si(OCH2CF8)3

[165]

【0044】一般式 (3) においてR\*は炭素数1~2 ()のアルキル墓(フッ素を含まないアルキル基で、例え は、メチル基、エチル基イソプロピル基、n-ブチル基) を表し、dは0~3の整数を表し、Xは一般式(1)と 同じ意味を表す。以下に一般式(3)で表されるシラン

化合物の具体例を示すが本発明はこれらに限定されるも のではない。 [0045]

特開2002-131507 (8)(3) SI(OCH2CF3)4 (1) SI(OC2H5)4 (2) Si(OCH<sub>0</sub>), (5) SiCI4 (7) SI(OC,H2T). (8) CH3Si(OC2H5)9 (B) CH3Si(OCH8)8 (10) CH2CH2Si(OCH2)8 (12) CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> CH-Si(OCH<sub>6</sub>)<sub>8</sub> (14) CH3Si(OCH2CH8)3 (15) (CH<sub>3</sub>)2SI(OCH<sub>3</sub>)2 (16) CH<sub>3</sub>SI(OÖCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (17) CH<sub>6</sub>SiC<sub>6</sub> (18) (CH3)2SICI2 (19) (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>SI(OC<sub>2</sub>H<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (21) CH3CH25 (OCH3)2 (22) CH<sub>8</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OCH<sub>8</sub>)<sub>2</sub> (23) (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>Si(OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (24) (CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>SIOCH<sub>3</sub>

【0046】上記(1)又は(2)で表される別水分解 性含フッ素シラン化合物あるいは上記(3)で表される シラン化合物はそれぞれ2種類以上の化合物を組み合わ せて用いても良い。上記(1)又は(2)で表される加 水分解性含フッ素シラン化合物の全量に対して、上記 (3) で表される加水分解性シラン化合物は、全量で 0.1~10当量の範囲になる様に添加されることが好 ましく、より好ましくは().5~8当量、特に好ましく は1~5当量添加する場合である。

【①①47】また上記化合物以外に密着性改良等の目的 で、他のオルガノシラン化合物、例えばエポキシ華、ア ミノ墓、アクリル基、イソシアネート墓、メルカプト基 等の官能基を有するオルガノシラン化合物等を適宜加え ても良い。

【0048】とのようなオルガノシランの例としては、 γ-グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、ァーグ リシドキシプロビルトリエトキシシラン、ャーアミノブ ロビルトリメトキシシラン、ャートリメトキシシリルプ 40 ロビルイソシアネート、エーメルカプトプロビルトリメ トキシシラン。テーメタクリロキシブロビルトリメトキ シシラン、ャーアクリロキシプロピルトリメトキシシラ ン、ピニルトリメトキシシラン、ピニルトリエトキシシ ラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエト キシシラン、ァーグリシドキシプロピルメチルジメトキ シシラン、ャーアミノプロピルメチルトリエトキシシラ ン、テーメルカプトプロビルメチルジメトキシシラン、 γ-メタクリロキシプロビルメチルジメトキシシラン、 γーグリシドキシプロピルトリアセトキシシラン、ビニ 50 成後に塗布液に混合しても良い。

ルトリクロロシランなどが挙げられるが、本発明はこれ ろに限定されるものではない。

【0049】とれらのシラン化合物は、2種類以上を併 用してもよく、一般式(3)で表される化合物に対し て、0、001~1当畳の範囲で用いられることが好ま しく、0.01~0.5当量の範囲がより好ましく、 0.05~0.3当畳の範囲が特に好ましい。

【①050】また、低屈折率化あるいは膜強度の改良の ためにコロイダルシリカを添加することが好ましい。こ のようなコロイダルシリカとしては、粒子径は5~50 nmのものが用いられるが、好ましくは、5~30nm のものであり、特に好ましくは、粒子径8~20 nmの ものである。とのようなコロイダルシリカは、例えばI、 M.Thomas, Appl. Opt. 25,1481 (1986)等に記載の手法に順 じて、テトラアルコキシシランを原料としてアンモニア 水等の触線を用いて加水分解・重縮合することにより調 整することができる。また市販のものでは、日産化学工 桑(株)製スノーテックスIPA-ST. 同MIBK-S T. 日本エアロジル (株) 製AEROS [L300]、同 AEROS!L130、同AEROSIL50等を利用 することもできる。

【0051】コロイダルシリカの添加量は、塗膜の熱硬 化後の全国形分の5~95関置%の範囲であり、好まし くは20~70智置%、特に好ましくは、30~60質 置%の場合である。コロイダルシリカは、一般式(1) ~ (3) で表される化合物の加水分解/脱水縮合過程 (ゾル形成過程) から添加してもよく、あるいはゾル形

(9)

16

【①①52】本発明では一般式(1)または一般式 (2) で表される含フッ素シラン化合物の少なくとも一 種。および一般式(3)で表されるシラン化合物を必須 成分として、加水分解・重縮合を行うことによって塗布 液を作製する。

15

【0053】前記シラン化合物の加水分解重縮合反応は 無溶媒でも、溶媒中でも行うことができる。 密媒として は有機溶媒が好ましく、アセトン、メチルエチルケト ン、メチルイソブチルケトン、酢酸エチル、酢酸ブチ ル、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコー ル、ブタノール、エチレングリコール、トルエン、キシ レン、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサンなどを 挙げることができ、2種類以上の密媒を併用することも できる。

【0054】加水分解縮合反応は触媒存在下で行われる ことが好ましい。触媒としては、塩酸、硫酸、硝酸など の無機酸類、シュウ酸、酢酸、ギ酸、トリフルオロ酢 酸、メタンスルホン酸、トルエンスルホン酸などの有機 酸類、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア などの無機塩基類、トリエチルアミン、ピリジンなどの 20 るのみでゾル形成が可能であり好ましい。 有機塩基類、トリイソプロポキシアルミニウム、テトラ ブトキシジルコニウム、などの金属アルコキシド類、前 記金属アルコキシド類と、アセト酢酸エチル、アセチル アセトンなどのとの金属キレート化合物類、などが挙げ

【りり55】通常、加水分解縮合反応はアルコキシ基1 モルに対して0.3~2.0モル、好ましくは0.5~ 1. ()モルの水を添加し、上記溶媒および触媒の存在 下、25~100℃で、撹拌することにより行われる。 触媒の添加置はアルコキシ基に対してり、01~10モ 30 倉書店(1973)に記載がある。 ル%、好ましくは()、1~5モル%である。反応条件は オルガノシランの反応性により適宜調節されることが好 ましい。

【0056】一方、カルボン酸等の有機酸を用いた場合 には、アルコキシシランとの反応により生成するアルコ ールあるいは溶媒として添加するアルコールとの宿合反 応(エステル化反応)によって系中で水を生成するため 別途水を添加しなくても飼水分解反応を行うことができ

【0057】このような水を加えない系において、硬化 46 時間と膜強度の観点で有利な結果が得られており、本発 明では特に水中25℃で測定される。pKaが4以下の カルボン酸を触媒として水を添加せずにゾル液を調整す ることが好ましい。

【0058】好ましいカルボン酸無媒としては、蘊酸 (pKa, 1. 23、)、蜈酸(pKa3. 76)、グリコ ール酸 (p Ka3. 82). ジクロロ酢酸 (p Ka1. 2 6) または一般式(4)で表される酸を挙げることが でき、より好ましくは蓚酸、螺酸および一般式(4)で **衰される化合物が挙げられ、特に好ましくは蟻酸および 50 クロヘキサノン104.1g、メチルエチルケトン6** 

一般式(4)で表される液体のカルボン酸(pKa~∅. 25) である。

【0059】一般式(4)においてR f'は炭素数1~ 10のパーフルオロアルキル基を表す。一般式(4)で 表されるカルボン酸の例としては、CF, COCH、C, F, COC H、n-G, F, COOH、1-C, F, COOH等を挙げることができる。 【①060】とれるのカルボン酸は、前記加水分解性シ ラン化合物における全加水分解性基(X)に対して、 1 < COOH/X < 100の関係を満たすように添</li> 10 加されることが好ましく、より好ましくは0.5<00 OH/X<20であり、特に好ましくは1<COOH/ X<5のように添加する場合である。

【①①61】上記カルボン酸はアルコール(例えばメタ ノール、エタノール、n-ブタノ・ル等)と併用してもよ く、また前記したような他の恣媒と併用することもでき るが、液体(例えば、蟻酸、トリフルオロ酢酸等)の場 台には、恣媒として使用することもできる。この場合に は別途、水、アルコール等を添加する必要はなく、加水 分解性シラン化合物をこれらのカルボン酸溶媒に添加す

【0062】反射防止膜の各層は、ディップコート法、 エアーナイフコート法、カーテンコート法、ローラーコ ート法、ワイヤーバーコート法、グラビアコート法やエ クストルージョンコート法(米国特許2681294号 明細書)により、塗布により形成することができる。二 以上の層を同時に塗布してもよい。同時塗布の方法につ いては、米国特許2761791号。同2941898 号、同3508947号、同3526528号の各明細 書および原崎勇次著、コーティング工学、253頁、朝

【10063】本発明の偏光板は、偏光層の2枚の保護で ィルムのうち少なくとも1枚に上記防眩性反射防止フィ ルムを用いてなる。本発明の防眩性反射防止フィルムを 最表層に使用することにより、外光の映り込み等が防止 され、耐傷性、防汚性等も優れた偏光板とすることがで きる。また、本発明の偏光板において防眩性反射防止フ ィルムが保護フィルムを兼ねることで、製造コストを低 減できる。

【0064】反射防止膜は、液晶表示装置(LCD)、 プラズマディスプレイパネル (PDP)、エレクトロル ミネッセンスディスプレイ (ELD) や陰極管表示装置 (CRT) のような画像表示装置に適用する。反射防止 膜が適明支持体を有する場合は、透明支持体側を画像表 示装置の画像表示面に接着する。

[0065]

【実施例】以下に実施例に基づき本発明についてさらに 詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるもので はない。

【① 066】(防眩性高屈折率層用塗布液Aの調製)シ

(10)

18

1. 3gの複合溶媒に、エアディスパで線拌しながら酸化ジルコニウム分散物含有ハードコート塗布液(K2-7991、JSR(株)製)217.0g、を添加した。この溶液を塗布、紫外線硬化して得られた塗機の屈折率は1.70であった。さらにこの溶液に平均粒径2μmの架橋ポリスチレン粒子(商品名:SX-200H. 線研化学(株)製)5gを添加して、高速ディスパにて5000ェアmで1時間線拌、分散した後、孔径30μmのポリプロピレン製フィルターでろ過して防眩性高屈折率層の塗布液Aを調製した。

17

【0067】(防眩性高屈折率層用塗布液Bの調製)ジ ベンタエリスリトールペンタアクリレートとジベンタエ リスリトールヘキサアクリレートの混合物(DPHA、 日本化菜(株)製)125g、ビス(4-メタクリロイ ルチオフェニル)スルフィド (MPSMA、住友請化 (株) 製) 125gを、439gのメテルエチルケトン /シクロヘキサノン=50/50%の混合溶媒に溶解し た。得られた溶液に、光重合開始剤(イルガキュア90 7. チバガイギー社製) 5. 0 g および光増感剤 (カヤ キュアーDETX、日本化薬(株)製)3.()8を49 gのメチルエチルケトンに溶解した溶液を加えた。この 恣波を塗布、紫外線硬化して得られた塗膜の屈折率は 1. 60であった。さらにこの溶液にさらにこの溶液に 平均粒径3μmの不定形シリカ粒子(商品名:ミズカシ ルP-526、水澤化学工業(株)製)10gを添加し て、高速ディスパにで5000 rpmで1時間攪拌、分 飲した後、孔径30 umのポリプロピレン製フィルター でる過して防眩性高層折率層の塗布液Bを調製した。 【()()68】(防眩性高屈折率層用塗布液C(参考試 料)の調製)ジベンタエリスリトールベンタアクリレー トとジベンタエリスリトールヘキサアクリレートの混合 物 (DPHA、日本化菜 (株) 製) 250 g をメチルエ チルケトン/シクロヘキサノン=50/50%の混合溶 娘439gに溶解した。得られた溶液に、光重合開始剤 (イルガキュア907、チバガイギー社製)7. 5gお よび光増感剤(カヤキュアーDETX、日本化薬(株) 製) 5. 0gを49gのメチルエチルケトンに溶解した 溶液を加えた。この溶液を塗布、紫外線硬化して得られ た塗膜の屈折率は1.53であった。さらにこの溶液に 平均粒径3μmの不定形シリカ粒子(商品名:ミズカシ 40 ルヤー526 水澤化学工業(株)製)10gを添加し て、高速ディスパにで5000mpmで1時間攪拌、分 散した後、孔径30μmのポリプロピレン製フィルター でる過して防眩性高屈折率層用の塗布液Cを調製した。 【()()69】(高屈折率層用塗布液D(参考試料)の調 製) ジベンタエリスリトールペンタアクリレートとジベ ンタエリスリトールヘキサアクリレートの混合物(DP HA. 日本化薬(株)製) 250gを、439gのメチ ルエチルケトン/シクロヘキサノン=50/50%の混

ルガキュア907、チバガイギー性製)7.5 g および 光増感剤(カヤキュアーDETX、日本化業(株)製)5.0 g を49 g のメチルエチルケトンに溶解した溶液 を加えた。この溶液を塗布、紫外線硬化して得られた塗 膜の屈折率は1.53であった。さらにこの溶液を孔径 30 μmのポリプロピレン製フィルターでろ過して高屈 折率層の塗布液 D を調製した。

【① 07 0】 (低屈折率層用塗布液Aの調製) 蒸酸2.

4gをエタノール15gに溶解した溶液に、一般式

(3)の具体例化合物(1)であるテトラエトキシシラ ンの2. 35gと一般式(1)の具体例化合物(2)で あるトリデカフルオロ1、1、2、2-テトラヒドロオ クチルー1-トリエトキシシランの1.55gを加え、 5時間加熱還流した。得られた溶液の5gにn-ブタノ ールの2gを加え、全量で13gになる様にエタノール を加えて低屈折率層用塗布液Aを調整した。 【① 071】(低屈折率層用塗布液Bの調製) 菱酸2. 4gをエタノール15gに溶解した溶液に、テトラエト キシシランの2.35gとトリデカフルオロ1,1, 20 2、2-テトラヒドロオクチルー1-トリエトキンシラ ンの1.55gを加え、5時間加熱還流した。得られた 溶液の5g、コロイダルシリカ溶液(MIBK-ST、 固形分濃度30%、日産化学製>1.33 g、n-ブタノ ール3gを複合しさらに全量で26gになる様にエタノ ールを加えて希釈し低屈折率層用塗布液Bを調整した。 【10072】(低層折率層用塗布液Cの調製) 蘇酸3g をエタノール 18gに溶解した溶液に、テトラエトキシ シランの2.35g、トリデカフルオロ1,1,2,2 - テトラヒドロオクチルー 1 - トリエトキシシランの 1. 55g、ァーグリシドキシプロビルトリメトキシシ ランの()、3g、ャーアミノプロピルトリメトキシシラ ンの()、15gを加え5時間加熱還流した。得られた溶 液の5g、コロイダルシリカ溶液(MIBK-ST、固 形分濃度30%、日産化学製)1.33g、n-ブタノー ル1.5gを混合しさらに全置で20gになる様にエタ ノールを加えて希釈し低屈折率層用塗布液Cを調整し

【0073】(低屈折率層用塗布液Dの調製) 蕁酸2. 4 g を x タノール15 g に溶解した溶液に、テトラエトキシシランの2. 35 g と一般式(2)の具体例化合物(2)である(OtaO)。STG, tt, G, F, 2 G, H, ST(GOta)。の1. 97 g を加え、得られた溶液の5 g、コロイダルシリカ溶液(M | BK - S T、固形分濃度30%、日産化学製)1. 57 g、n-ブタノール3.5 g を複合しさらに全型で30 g になる様にエタノールを加えて希釈し低屈折率層用塗布液Dを調整した。

ンタエリスリトールへキサアクリレートの混合物 (DP 【0074】 (低屈折率層用途布液Eの調製) テトラエ HA、日本化薬(株) 製) 250gを、439gのメチ トキシシランの2、35g、トリデカフルオロ1、1、 ルエチルケトン/シクロヘキサノン=50/50%の混 2、2-テトラヒドロオクテルー1-トリエトキシシラ 台溶媒に溶解した。得られた溶液に、光章台関始剤 (イ 50 ンの1、55gねよびエタノール15gを混合した溶液

特開2002-131507

20

中に熔酸(99%純度)の2.41gを滴下し5時間加熱返流した。得られた溶液の5g、コロイダルシリカ溶液(MIBK-ST、固形分濃度30%、日産化学工業(株)製)1.28g、n-ブタノール3gを混合しさらに全量で20gになる様にエタノールを加えて希釈し低屈折率層用途布液Eを調整した。

19

【0075】(低層折率層用塗布液Fの調製) テトラエトキシシランの2.35g.トリデカフルオロ1、1、2、2ーテトラヒドロオクチルー1ートリエトキシシランの1.55gを複合した溶液中にトリフルオロ酢酸(99%純度)の6.16gを加え室温で5時間撹拌した。得られた溶液の2.2g、コロイダルシリカ溶液(MIBK-ST、固形分濃度30%、日産化学製)1.28g、n-ブタノール3gを複合しさらに全量で20gになる機にエタノールを加えて希釈し低層折率層用塗布液Fを調整した。

【0076】(低層折率層用塗布液G(参考試料)の調整)メチルトリメトキシシラン(特開平10-726号等に記載の低屈折率層用オルガノシラン)8.7gに0.01N塩酸水溶液3gを加え、室温で3時間撹拌し20た。酸溶液の1.1gとメチルエチルケトンの8.9gを混合して低屈折率層用塗布液Gを調整した。

【0077】 [実施例1] 80 μ mの厚さのトリアセチルセルロースフィルム(TAC-TD80U、富士写真 四巻フィルム(株)製)上に、防眩性高屈新率層用塗布液ム はまをバーコーターを用いて塗布し、120℃で乾燥の後、 160℃/cmの空冷メタルハライドランプ(アイグラフィックス(株)製)を用いて、照度400mW/cm 回巻・照射量300mJ/cm・の紫外線を照射して塗布 はま 層を観化させ、厚さ約1.5μmの防眩性高層新率層を 30 た。形成した。その上に、上記低層折率層用塗布液ムをバーコーターを用いて塗布し、100℃で3日間乾燥し、厚さ約0.1μmの低層折率層を形成し、本発明のサンプル1を作製した。 製む

【①①78】 [実施例2] 実施例1における低屈折率層 途布液Aの替わりに、低屈折率層途布液Bを用いた以外 は実施例1と同様にして本発明のサンブル2を作製し た。

【① 079】 [実施例3] 実施例1における低屈折率層 塗布液Aの替わりに、低屈折率層塗布液Cを用いた以外 40 は実施例1と同様にして本発明のサンブル3を作製した。

【① 0 8 0 】 【実施例4】実施例1における低屈折率層 塗布液Aの替わりに、低屈折率層塗布液Dを用いた以外 は実施例1と同様にして本発明のサンブル4を作製し た

【① 0 8 1】 [実施例5] 実施例1における低屈折率層 塗布液Aの替わりに、低屈折率層塗布液Eを用いた以外 は実施例1と同様にして本発明のサンブル5を作製した。 【①①82】 [実施例6] 実施例1における低屈折率層 塗布液Aの替わりに、低屈折率層塗布液Fを用いた以外 は実施例1と同様にして本発明のサンブル6を作製し た

【0083】 [比較例1] 実施例1における低屈折率層 塗布液Aの替わりに、低屈折率層塗布液G(参考試料) を用いた以外は実施例1と同様にして比較サンプル1を 作製した。

【① 084】 [実施例7] 実施例1における防眩性高屈 10 折率層用塗布液Aの替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 Bを用いた以外は実施例1と同様にして本発明のサンプ ル7を作製した。

【① 085】 [実施例8] 実施例7における低屈折率層 塗布液Aの替わりに低屈折率層塗布液Bを用いた以外は 実施例7と同様にして本発明のサンブル8を作製した。 【① 086】 [実施例9] 実施例7における低屈折率層 塗布液Aの替わりに低屈折率層塗布液Cを用いた以外は 実施例7と同様にして本発明のサンブル9を作製した。 【① 087】 [実施例10] 実施例7における低屈折率 層塗布液Aの替わりに低屈折率層塗布液Dを用いた以外 は実施例7と同様にして本発明のサンブル10を作製した

【①①88】 [実施例11] 実施例7における低屈折率 層塗布液Aの替わりに低屈折率層塗布液Eを用いた以外 は実施例7と同様にして本発明のサンブル11を作製した。

【① 0 8 9 】 [実施例12] 実施例7 における低屈折率 層盤布液Aの替わりに低屈折率層盤布液Fを用いた以外 は実施例7と同様にして本発明のサンブル12を作製した。

【0090】【比較例2】実施例7における低屈折率層 塗布液Aの替わりに低屈折率層塗布液G(参考試料)を 用いた以外は実施例7と同様にして比較サンブル2を作 製した。

【0091】 [比較例3] 実施例1における防眩性高屈 折率層用塗布液Aの替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 Cを用いた以外は実施例1と同様にして比較サンブル3 を作製した。

【① ① 9 2 】 [比較例 4] 実施例 2 における防眩性高屈 折率層用塗布液 A の替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 C を用いた以外は実施例 2 と同様にして比較サンブル 4 を作製した。

【① ① 9 3 】 【比較例 5 】実施例 3 における防眩性高屈 折率層用塗布液 A の替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 C を用いた以外は実施例 3 と同様にして比較サンブル 5 を作製した。

【① 094】 [比較例6] 実施例4における防眩性高屈 折率層用塗布液Aの替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 Cを用いた以外は実施例4と同様にして比較サンブル6 50 を作製した。

9/7/2005

(12)

特闘2002-131507

22

【① 095】 【比較例7】実施例5における防眩性高屈 折率層用塗布液Aの替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 Cを用いた以外は実施例5と同様にして比較サンプル7 を作製した。

21

【① 096】 【比較例8】実施例6における防眩性高屈 折率層用塗布液Aの替わりに防眩性高屈折率層用塗布液 Cを用いた以外は実施例6と同様にして比較サンブル8 を作製した。

【0097】[比較例9]比較例1における防眩性高屈 折率層用金布液Aの替わりに防眩性高屈折率層用金布液 10 Cを用いた以外は比較例1と同様にして比較サンブル9 を作製した。

【①①98】 [比較例10] 実施例1における防眩性高層新率層用塗布液Aの替わりに高層新率層用塗布液Dを用いた以外は実施例1と同様にして比較サンフル10を作製した。前記の実施例および比較例で用いた低層折率層の屈折率はいずれも1.3~1.43の範囲内にあった

【① ① 9 9 】 (反射防止膜の評価)得られたフィルムについて、以下の項目の評価を行った。

#### (1) 平均反射率

分光光度計(日本分光(株)製)を用いて、380~780 nmの波長領域において、入射角5°における分光 反射率を測定した。結果には450~650 nmの鉄面 平均反射率を用いた。

## (2) ヘイズ

得られたフィルムのヘイズをヘイズメーターMODEL 1001DP (日本電色工業 (株) 製) を用いて測定 した。

#### (3)鉛筆硬度評価

反射防止膜を温度25℃、湿度60%RHで2時間調湿 した後、JIS K5400に記載の鉛筆硬度評価を行った。

### (4) 耐傷性試験

膜表面をスチールウール#①①①①を用いて、200g の荷重下で30回線った後に、傷のつくレベルを確認した。判定は次の基準に従った。

全くつかない :○ 細かい傷がつく:△ 傷が著しい :×

## (5) 密着性評価

碁盤目―セロテーブ(登録路標)剝離試験をJISK5400に準拠して行った。

#### (6)防眩性評価

作製した防眩性フィルムにルーバーなしのむき出し黄光 灯(8000cd/m²)を映し、その反射像のボケの 程度を以下の基準で評価した。

労光灯の輪郭が全くわからない : ◎ 労光灯の輪郭がわずかにわかる : ○ 労光灯はぼけているが、輪郭は識別できる : △ 労光灯がほとんどぼけない : ×

#### (?)ギラツキ評価

作製した防眩性フィルムにルーバーありの蛍光灯拡散光 20 を映し、表面のギラツキを以下の基準で評価した。

はとんどギラツキが見られない : ○
わずかにギラツキがある : △
目で識別できるサイズのギラツキがある : ×
【0 1 (0 0 ) 表 1 に実施例 1 ~ 1 2 および比較例 1 ~ 1 0 の結果を示す。本発明の特定の低屈折率層と高屈折率の防肢層を組み合わせた実施例 1 ~ 1 2 のサンブルは、比較例 1 ~ 1 0 に比べて反射率が低いことが分かる。これらの中でも屈折率 1 . 7 0 の高屈折率防眩層と組み合わせた本発明の実施例 1 ~ 6 のサンブルは特に低い反射率を示した。さらに本発明のサンブルは鉛筆硬度、耐線像性にも優れ、防眩性、ギラツキに関しても良好な性能

を示した。 【0101】

【表1】

9/7/2005

(13)

特闘2002-131507

24

表 1

23

	反射率	ヘイズ	鉛筆硬度	耐傷性	密着往	防脓性	ギラツキ
	1%)	(%)		(ステール			
				ウール)			
実施的 1	1.2	9.7	н	٥	100/100	6	0
支族例 2	1.0	10.0	zh	0	100/100	- ♦	0
夹连到3	1.2	10.3	211	0	109/190	•	0
突點例4	1.3	8.9	н	0	109/190	•	0
突夷例 5	1.0	11.0	2н	0	109/100	•	0
突進例 6	1.1	(0.8	<b>3</b> H	٥	108/100	•	0
実遊供7	1.3	9.3	H	0	100/100	<b>©</b>	0
実施例8	1.3	9.3	28	O	100/100	•	0
実施例 9	1.4	10.1	211	0	100/100	•	0
<b>実施例 1 0</b>	3 .4	11.7	ZĦ	0	100/160	•	0
実施例 1 1	1.3	10.2	3H	٥	100/100	•	0
実施例12	1.3	9.9	311	_ 0	100/100	69	0
比較例!	1.7	7.4	нв	×	100/100	0	0
比较创2	1.9	7.3	188	×	100/100	0	0
比較例3	1.7	9.8	H	0	100/106	•	0
比較例4	1.7	9.9	2H	0	100/100	•	0
比較例 5	1.9	10.0	28	0	100/190	•	0
比較例 6	2.0	9.1	2H	0	100/100	•	0
比較例?	1.7	8.8	28	0	100/100	•	c
比較例8	1.7	10.0	219	0	100/100	0	٥
比較例9	2.3	7.2	H.P.	×	100/100	•	0
比較的 1 0	2.5	9.8	н	Δ	100/100	×	0

【0102】次に、実施例1から12のフィルムを用い て防眩性反射防止偏光板を作製した。この偏光板を用い て反射防止層を最衰層に配置した液晶表示装置を作製し たところ、外光の映り込みがないために優れたコントラ ストが得られ、防眩性により反射像が目立たず優れた視 認性を有していた。

## [0103]

【発明の効果】本発明の防眩性反射防止フィルムは、反 射防止性能が高く、防汚性、耐傷性にも優れ、防眩性高 屈折率層及び低屈折率層の形成により低コストで製造す ることができる。この防眩性反射防止フィルムを用いた 偏光板及び液晶表示装置は、外光の映り込みが十分に防

止されているうえ、防汚性、耐傷性も高いという優れた 性質を有する。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】防眩性反射防止フィルムの層構成を示す断面模 式図である。

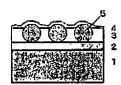
## 【符号の説明】

- 40 ] 透明支持体
  - 2 ハードコート層
  - 3 防眩性高屈折率層
  - 4. 低屈折率層
  - 5 粒子

(14)

特闘2002-131507

[図1]



フロントページの続き

識別記号 F! テーマコード(参考) (51) Int.Cl.' 5/02 G 0 2 B G02F 1/1335 G 0 2 B 1/10 5/30 Z G02F 1/1335

Fターム(参考) 2HG42 BA02 BA12 BA20 2HO49 BA02 BB33 BB65

2H091 FA37X FB02 FB08 LA16

LA20 LA30

2KG09 AA02 AA12 AA15 BB28 CC03

CC09 CC26 CC42 DD02

4F100 AA20C AA20H AA27H AH02C

AHO2H AJG6 AK12H AK25

AK52C AK523 AL01C AL06C

AROGA AROOB BAG3 CA238

CA23C CA30C GB41 GB90

J820H JK09 JL06 JL08C

JLOSH JNO1A JNO2 JNO6

JN18E JN18C JN30 YYGOE

YY00C